

Air dan air limbah – Bagian 65: Cara uji krom (Cr) secara Spektrofotometri Serapan Atom (SSA)-tungku karbon



Daftar isi

Daftar isi.....	i
Prakata	ii
1 Ruang lingkup.....	1
2 Istilah dan definisi	1
3 Cara uji	2
4 Jaminan mutu dan pengendalian mutu.....	5
5 Rekomendasi.....	5
Lampiran A (normatif) Pelaporan.....	7



Prakata

SNI ini merupakan hasil revisi dari SNI 06-2513-1991, *Metode pengujian kadar krom dalam air dengan alat spektrofotometer serapan atom tungku karbon*. SNI ini menggunakan referensi dari metode standar internasional yaitu *Standard Methods for the Examination Of Water and Wastewater 21 th Edition*, editor L.S.Clesceri, A.E.Greenberg, A.D.Eaton, APHA, AWWA and WPCF, Washington DC (2005). SNI ini telah melalui uji coba di laboratorium pengujian dalam rangka validasi dan verifikasi metode serta dikonsensuskan oleh Subpanitia Teknis 13-03-S1, *Kualitas Air* dari Panitia Teknis 13-03, Panitia Teknis *Kualitas Lingkungan dan Manajemen Lingkungan* dengan pihak terkait.

Standar ini telah disepakati dan disetujui dalam rapat konsensus dengan peserta rapat yang mewakili produsen, konsumen, ilmuwan, instansi teknis dan pemerintah terkait pada tanggal 4 September 2006 di Serpong serta telah melalui konsensus nasional yaitu jajak pendapat pada tanggal 24 Juli – 24 September 2007.

Dengan ditetapkannya SNI 6989.65:2009 ini, maka penerapan SNI 06-2513-1991, dinyatakan tidak berlaku lagi. Pemakai SNI agar dapat meneliti validasi SNI yang terkait dengan metode ini, sehingga dapat selalu menggunakan SNI edisi terakhir.



**Air dan air limbah – Bagian 65: Cara uji krom (Cr)
secara Spektrofotometri Serapan Atom (SSA)-tungku karbon**

1 Ruang lingkup

Metode pengujian ini digunakan untuk menentukan logam krom (Cr) terlarut dan total dalam air dan air limbah secara spektrofotometri serapan atom (SSA)-tungku karbon dengan kisaran 5 µg/L sampai 100 µg/L pada panjang gelombang 357,9 nm.

2 Istilah dan definisi

2.1

air bebas mineral

air yang diperoleh dengan cara penyulingan ataupun proses demineralisasi sehingga diperoleh air dengan konduktifitas lebih kecil dari 1,0 microSiemen/cm

2.2

krom terlarut

krom dalam air yang dapat lolos melalui saringan membran berpori 0,45 µm

2.3

krom total

krom yang terlarut dan tersuspensi dalam air setelah dilakukan proses pemanasan dengan asam kuat

2.4

kurva kalibrasi

grafik yang menyatakan hubungan kadar larutan kerja dengan hasil pembacaan absorbansi yang merupakan garis lurus

2.5

larutan asam nitrat 1:1

larutan dibuat dengan melarutkan satu bagian HNO₃ pekat dengan satu bagian air bebas mineral

2.6

larutan induk logam krom (Cr)

larutan yang mempunyai kadar logam krom 100 mg Cr/L yang digunakan untuk membuat larutan baku dengan kadar yang rendah

3.7

larutan baku logam krom (Cr)

larutan induk logam krom yang diencerkan dengan air bebas mineral sampai kadar tertentu

3.8

larutan kerja logam krom (Cr)

larutan baku logam krom yang diencerkan, dan digunakan untuk membuat kurva kalibrasi

3.9

larutan blangko

air bebas mineral yang diperlakukan sama dengan contoh uji

2.10

larutan pengencer

larutan yang digunakan sebagai pengencer dalam pembuatan larutan baku

2.11

larutan pencuci

larutan yang digunakan untuk mencuci semua peralatan gelas dan plastik

2.12

larutan *matrix modifier*

larutan yang ditambahkan terhadap contoh uji untuk mengurangi pengaruh matrik contoh uji

2.13

spike matrix

contoh uji yang diperkaya dengan larutan baku dengan kadar tertentu

2.14

blind sample

larutan baku dengan kadar analit tertentu yang diperlakukan seperti contoh uji

3 Cara uji

3.1 Prinsip

Ion kromium disuntikkan ke dalam tungku karbon, lalu diatomisasikan dengan energi elektrotermal, dengan melalui tahap pengeringan, pengabuan dan pengatoman. Kromium dalam bentuk atom akan menyerap energi radiasi elektromagnetik yang berasal dari lampu katoda berongga dan besarnya serapan berbanding lurus dengan konsentrasi.

3.2 Bahan

- a) Air bebas mineral.
- b) Asam nitrat (HNO_3) p.a.
- c) Larutan *matrix modifier* magnesium nitrat [$\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$].
Timbang 10,5 g $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, masukkan ke dalam labu ukur 100,0 mL, kemudian larutkan dengan air bebas mineral hingga tanda tera dan homogenkan. Simpan larutan ini dalam botol plastik *polyethylene*.
- d) Serbuk krom trioksida (CrO_3).
- e) Saringan membran berpori 0,45 μm .
- f) Larutan pencuci HNO_3 0,05 M.
Tambahkan 50 mL HNO_3 pekat ke dalam 800 mL air bebas mineral ke dalam gelas piala 1000 mL, lalu ditambahkan air bebas mineral hingga 1000 mL dan homogenkan.
- g) Larutan pengencer HNO_3 5% (v/v).
Larutkan 1,5 mL HNO_3 pekat ke dalam gelas piala 1000 mL dengan air bebas mineral.

3.3 Peralatan

Peralatan yang digunakan terdiri atas:

- spektrofotometer Serapan Atom (SSA) tungku karbon yang dilengkapi tabung gas berisi argon (dengan kemurnian tinggi), lampu katoda berongga (*Hollow Cathode Lamp*, HCL) untuk unsur krom dan *graphite tube* atau *pyrolitic tube*;
- labu ukur 100,0 mL dan 1000,0 mL;
- pipet volumetrik 1,0 mL; 2,0 mL; 5,0 mL; 10,0 mL; 20,0 mL; dan 50,0 mL;
- gelas piala 100 mL;
- timbangan analitik dengan ketelitian 0,0001 g; dan
- botol *polyethylene*.

3.4 Pengawetan contoh uji

Bila contoh uji tidak dapat segera diuji, maka contoh uji diawetkan sesuai petunjuk di bawah ini:

Wadah	:	Botol Plastik (<i>Polyethylene</i>)
Pengawet	:	a) Untuk logam terlarut, saring dengan saringan membran berpori 0,45 μm dan diasamkan dengan HNO_3 hingga pH lebih kecil dari 2. b) Untuk logam total diasamkan dengan HNO_3 hingga pH lebih kecil dari 2
Lama Penyimpanan	:	6 bulan
Kondisi Penyimpanan	:	Suhu ruang

CATATAN Bila krom terlarut yang akan diuji, maka penambahan asam nitrat dilakukan setelah penyaringan.

3.5 Persiapan pengujian

3.5.1 Persiapan contoh uji krom terlarut

Siapkan contoh uji yang telah disaring dengan saringan membran berpori 0,45 μm dan diawetkan. Contoh uji siap diukur.

3.5.2 Persiapan contoh uji krom total

Siapkan contoh uji untuk pengujian krom total, dengan tahapan sebagai berikut:

- homogenkan contoh uji, masukkan 50 mL ke dalam gelas piala 100 mL;
- tambahkan 5 mL HNO_3 pekat dan panaskan perlahan-lahan sampai sisa volumenya 15 mL - 20 mL;
- jika destruksi belum sempurna (tidak jernih), maka tambahkan lagi 5 mL HNO_3 pekat, kemudian tutup gelas piala dengan kaca arloji dan panaskan lagi. Lakukan proses ini secara berulang sampai semua logam larut, yang terlihat dari warna endapan dalam contoh uji menjadi agak putih atau menjadi jernih;
- bilas kaca arloji dan masukkan air bilasannya ke dalam gelas piala;
- pindahkan contoh uji masing-masing ke dalam labu ukur 50,0 mL (saring bila perlu), tambahkan air bebas mineral sampai tepat tanda tera dan dihomogenkan;
- contoh uji siap diukur responnya.

3.5.3 Pembuatan larutan induk logam krom (Cr) 100 mg Cr/L

- Timbang $\pm 0,192$ g CrO_3 , masukkan ke dalam labu ukur 1000,0 mL berisi air bebas

mineral (0,1923 g $\text{CrO}_3 \approx 100 \text{ mg Cr/L}$).

- Setelah larut sempurna, asamkan dengan 10 mL asam nitrat pekat dan encerkan dengan air bebas mineral hingga 1000 mL.
- Hitung kembali konsentrasi sesungguhnya berdasarkan hasil penimbangan.

CATATAN Larutan ini dapat dibuat dari larutan standar 1000 mg Cr/L siap pakai.

3.5.4 Pembuatan larutan baku logam krom (Cr) 10 mg Cr/L

- Pipet 10,0 mL larutan induk krom 100 mg Cr/L, masukkan ke dalam labu ukur 100,0 mL.
- Tambahkan larutan pengencer hingga 100 mL lalu homogenkan.

3.5.5 Pembuatan larutan baku logam krom (Cr) 1000 $\mu\text{g Cr/L}$

- Pipet 10,0 mL larutan baku krom 10 mg Cr/L, masukkan ke dalam labu ukur 100,0 mL.
- Tambahkan larutan pengencer hingga 100 mL lalu homogenkan.

3.5.6 Pembuatan larutan baku logam krom (Cr) 100 $\mu\text{g Cr/L}$

- Pipet 10,0 mL larutan baku krom 1000 $\mu\text{g Cr/L}$, masukkan ke dalam labu ukur 100,0 mL.
- Tambahkan larutan pengencer hingga 100 mL lalu homogenkan.

3.5.7 Pembuatan larutan kerja logam krom (Cr)

Buat deret standar dengan 1 (satu) blangko dan minimal 5 (lima) konsentrasi yang berbeda sesuai dengan kepekaan pengukuran alat dan konsentrasi contoh.

CATATAN Jika menggunakan SSA-tungku karbon yang dilengkapi dengan *auto sampler*, maka pembuatan kurva kalibrasi tidak perlu menggunakan deret standar secara manual seperti pada langkah tersebut di atas.

3.6 Prosedur dan pembuatan kurva kalibrasi

3.6.1 Pembuatan kurva kalibrasi

Kurva kalibrasi di buat dengan tahapan sebagai berikut:

- optimalkan alat SSA-tungku karbon sesuai petunjuk penggunaan alat;
- campurkan 2 mL larutan *matrix modifier* masing-masing ke dalam 2 mL larutan blangko dan 2 mL larutan kerja dan dihomogenkan;
- suntikkan larutan blangko pada langkah 3.6.1.b) ke dalam tungku karbon kemudian atur respon hingga nol;
- suntikkan masing-masing larutan kerja pada langkah 3.6.1.b) ke dalam tungku karbon dan panaskan tungku karbon, lalu ukur responnya pada panjang gelombang 357,9 nm,
- kemudian catat;
- buat kurva kalibrasi dari data pada butir 3.6.1.d) di atas, atau tentukan persamaan garis lurus;
- bila linieritas kurva kalibrasi (r^2) lebih kecil dari 0,995, periksa kondisi alat dan ulangi langkah pada butir 3.6.1 c) sampai dengan d).

3.6.2 Pengukuran contoh uji

Uji kadar krom dengan tahapan sebagai berikut:

- campurkan 2 mL larutan *matrix modifier* ke dalam 2 mL contoh uji dan dihomogenkan;

- b) suntikkan contoh uji pada langkah 3.6.2.a) ke dalam tungku karbon lalu ukur responnya pada panjang gelombang 357,9 nm.

3.7 Perhitungan

Konsentrasi logam krom (Cr) ($\mu\text{g/L}$) = $C \times fp$

dengan pengertian:

C adalah konsentrasi yang didapat dari hasil pengukuran ($\mu\text{g/L}$);

fp adalah faktor pengenceran.

4 Jaminan mutu dan pengendalian mutu

4.1 Jaminan mutu

- Gunakan bahan kimia berkualitas p.a.
- Gunakan alat gelas bebas kontaminan.
- Gunakan alat ukur dan alat gelas yang terkalibrasi.
- Cuci semua peralatan gelas atau plastik dengan larutan pencuci.
- Lakukan analisis oleh analis yang kompeten.
- Lakukan pengujian dalam jangka waktu yang tidak melampaui waktu penyimpanan maksimum.
- Apabila langkah 3.6.2.b) tidak berhasil, lakukan penambahan larutan *matrix modifier* paladium atau magnesium nitrat.

4.2 Pengendalian mutu

- Koefisien korelasi (r^2) minimum 0,995 dengan intersep lebih kecil atau sama dengan batas deteksi.
- Lakukan pengujian blangko untuk kontrol kontaminasi.
- Lakukan pengujian duplo untuk kontrol ketelitian pengujian setiap interval pengukuran tertentu (duplo sebanyak 5% - 10% dari jumlah contoh uji).
- Jika koefisien variasi atau baku deviasi relatif hasil pengukuran lebih besar atau sama dengan 10% maka dilakukan pengukuran ulang. Apabila pengukuran ulang menunjukkan koefisien variasi lebih besar atau sama dengan 10% maka ulangi langkah 3.5.2.

5 Rekomendasi

Lakukan kontrol akurasi dengan salah satu cara di bawah ini:

- Analisis *blind sample*.
- Untuk kontrol gangguan matrik lakukan analisis *spike matrix* dengan kisaran persen temu balik adalah 85% - 115% (*spike matrix* sebanyak 5% - 10% dari jumlah contoh uji).

Persen temu balik (*recovery percentage*), %R

$$\%R = \frac{A - B}{C} \times 100\%$$

dengan pengertian:

A adalah kadar contoh uji yang di *spike* ($\mu\text{g/L}$);

B adalah kadar contoh uji yang tidak di *spike* ($\mu\text{g/L}$);

C adalah kadar standar yang di-*spike*-kan (*target value*) ($\mu\text{g/L}$).

c) Buat kurva kendali (*control chart*) untuk akurasi analisis.



Lampiran A
(normatif)
Pelaporan

Catat pada buku kerja hal-hal sebagai berikut:

- a) Tanggal penerimaan contoh uji.
- b) Nomor contoh uji.
- c) Parameter yang dianalisis.
- d) Nama analis.
- e) Tanggal analisis.
- f) Rekaman hasil pengukuran duplo, triplo dan seterusnya.
- g) Rekaman kurva kalibrasi.
- h) Batas deteksi.
- i) Rekaman hasil perhitungan.
- j) Hasil pengukuran persen *spike matrix* dan CRM atau *blind sample* (bila dilakukan).
- k) Kadar analit dalam contoh uji.













BADAN STANDARDISASI NASIONAL - BSN
Gedung Manggala Wanabakti Blok IV Lt. 3-4
Jl. Jend. Gatot Subroto, Senayan Jakarta 10270
Telp: 021- 574 7043; Faks: 021- 5747045; e-mail : bsn@bsn.or.id